

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 11-111431

(43)Date of publication of application : 23.04.1999

(51)Int.Cl.

H05B 3/14
C04B 35/581
C04B 41/88

(21)Application number : 09-264569

(71)Applicant : KYOCERA CORP

(22)Date of filing : 29.09.1997

(72)Inventor : HASEGAWA TOMOHIDE
IWAIDA TOMOHIRO
YAMADA SHIGEKI
YOSHIHARA YASUHIKO
OKAYAMA HIROSHI**(54) CERAMIC IC HEATER AND MANUFACTURE THEREOF****(57)Abstract:**

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a heater whose resistance value is made easily controllable and can be heightened to the value as desired by forming a heat radiating resistor pattern containing W and/or Mo as main components and Fe and Si in the total amount within a prescribed range in the surface or in the inside of an insulating substrate made of an AlN-based sintered body.

SOLUTION: Fe and Si in the total of 2,000-12,000 ppm are contained. Further, a heat radiating resistor pattern preferably contains at least one of NbN and Al₂O₃ in 20 wt.% or more. These components are also evenly dispersed together with Fe and Si and consequently, the resistance value unevenness is suppressed. A high melting metal paste is applied to one main surface of a green sheet of AlN, which forms a coat layer, by a screen printing method and then patterned and after that, the resultant green sheet is wrapped around a ceramic rod made of raw ceramic of AlN, which is not yet burnt. The obtained body is sintered and united in nitrogen gas or a nitrogen-hydrogen mixed gas atmosphere at 1550-1800° C to obtain a heater.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the
examiner's decision of rejection or application converted
to registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of
rejection][Date of requesting appeal against examiner's decision of
rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2000 Japanese Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-111431

(43) 公開日 平成11年(1999) 4月23日

(51) Int.Cl.⁸

識別記号

F I

H 0 5 B 3/14

H 0 5 B 3/14

B

C 0 4 B 35/581

C 0 4 B 41/88

Q

41/88

35/58

1 0 4 Y

審査請求 未請求 請求項の数3 O L (全 6 頁)

(21) 出願番号 特願平9-264569

(22) 出願日 平成9年(1997) 9月29日

(71) 出願人 000006633

京セラ株式会社

京都府京都市伏見区竹田烏羽殿町6番地

(72) 発明者 長谷川 智英

鹿児島県国分市山下町1番4号 京セラ株式会社総合研究所内

(72) 発明者 岩井田 智広

鹿児島県国分市山下町1番4号 京セラ株式会社総合研究所内

(72) 発明者 山田 成樹

鹿児島県国分市山下町1番4号 京セラ株式会社総合研究所内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 セラミックヒータおよびその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 発熱抵抗体の抵抗値の制御を容易にして、所望の導体抵抗値にまで高める。

【解決手段】 窒化アルミニウム質焼結体からなる絶縁基体の表面もしくは内部に、Wおよび/またはMoを主成分とし、FeおよびSiを合計して2000~12000ppm含有する発熱抵抗体パターンを設けたセラミックヒータ。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】窒化アルミニウム質焼結体からなる絶縁基体の表面もしくは内部に、W および／または Mo を主成分とし、Fe および Si を合計して 2000～12000 ppm 含有する発熱抵抗体パターンを設けたセラミックヒータ。

【請求項 2】前記発熱抵抗体パターンが、NbN、Al₂O₃ の少なくとも 1 種を 20 重量%以下で含有することを特徴とする請求項 1 記載のセラミックヒータ。

【請求項 3】Fe および Si を合計して 1000～10000 ppm 含有する窒化アルミニウム質グリーンシートに、W および／または Mo を主成分とする高融点金属ペーストを、もしくは W および／または Mo を主成分とし、NbN、Al₂O₃ の少なくとも 1 種を 20 重量%以下で含有する高融点金属ペーストを塗布する工程、ついで非酸化性雰囲気にて焼成する工程を経て、請求項 1 または請求項 2 のセラミックヒータとしたことを特徴とするセラミックヒータの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は一般家庭用、電子部品用、産業機器用および自動車用等に使用される窒化アルミニウム質のセラミックヒータおよびその製造方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】従来のセラミックヒータはアルミナ（Al₂O₃）セラミックス中に主に W や Mo からなる発熱抵抗体パターンを設けたものであって、電気絶縁性、耐薬品性および耐摩耗性に優れている。しかしながら、アルミナセラミックスを水中投下して急冷させた場合、その耐熱衝撃温度差が 200℃程度にすぎなく、さらに熱伝導率が 15 W/mK 程度である。

【0003】近年、アルミナセラミックスに代えて、高い熱伝導率を有する窒化アルミニウム（AlN）セラミックスが注目されているが、この AlN セラミックスの耐熱衝撃温度差は 400℃程度、熱伝導率は 150 W/mK であり、いずれの特性もアルミナセラミックスに比べ著しく優れている。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】通常、Al₂O₃ や AlN などの絶縁体で構成したセラミックヒータの発熱抵抗体として W、Mo の高融点金属を使用するが、この高融点金属だけを用了のでは抵抗値が低く、そのため高融点金属のペーストに AlN 等の絶縁物を、その高融点金属に対し 50～100 重量%の比率になるように添加し、これによって所要の抵抗値にまで高めている。

【0005】しかしながら、このような添加でもって抵抗値が大きくなったが、その反面、ペーストの降伏値等が高くなり、すなわち AlN 原料は 0.5～1.5 μm 程度の微粉末であるために嵩高く、溶剤を少量用いた程度

では均一に分散させることがむずかしく、また、絶縁物の分散状態も不均一になり、抵抗値のバラツキも大きかった。

【0006】本発明は上記事情に鑑みて完成されたものであり、その目的は発熱抵抗体の抵抗値の制御を容易にして、所要どおりの値にまで高めることができる AlN 質のセラミックヒータを提供することにある。

【0007】また、本発明の他の目的は、かかる優れたセラミックヒータの製造方法を提供することにある。

【0008】

【課題を解決するための手段】本発明のセラミックヒータは、AlN 質焼結体からなる絶縁基体の表面もしくは内部に、W および／または Mo を主成分とし、Fe および Si を合計して 2000～12000 ppm 含有する発熱抵抗体パターンを設けたことを特徴とする。

【0009】また、本発明の他のセラミックヒータは、上記発熱抵抗体パターンが、NbN、Al₂O₃ の少なくとも 1 種を 20 重量%以下で含有することを特徴とする。

【0010】さらに本発明のセラミックヒータの製造方法は、Fe および Si を合計して 1000～10000 ppm 含有する AlN 質グリーンシートに、W および／または Mo を主成分とする高融点金属ペーストを、もしくは W および／または Mo を主成分とし、NbN、Al₂O₃ の少なくとも 1 種を 20 重量%以下で含有する高融点金属ペーストを塗布する工程、ついで非酸化性雰囲気にて焼成する工程を経て、上記本発明のセラミックヒータとしたことを特徴とする。

【0011】

【発明の実施の形態】本発明のセラミックヒータを円筒体のセラミックヒータを例にして説明すると、円筒状の AlN 質セラミックロッドの外周面に AlN 質セラミックからなるコート層を被覆し、そのコート層の内側もしくはセラミックロッドの外周面に W、Mo などの高融点金属材からなる発熱抵抗体パターンを形成することで埋設させている。

【0012】本発明においては、発熱抵抗体パターンに Fe および／または Si を合計して 2000～12000 ppm、好適には 4000～10000 ppm 含有することが特徴であり、2000 ppm 未満の場合には、導体抵抗が 10 mΩ/□未満となり、高い抵抗値が得られず、12000 ppm を越えると導体抵抗が 100 mΩ/□を越え、抵抗値が高くなりすぎて、発熱抵抗体として機能しなくなる。

【0013】また、本発明の他のセラミックヒータにおいては、上記発熱抵抗体パターンに NbN、Al₂O₃ の少なくとも 1 種を 20 重量%以下、好適には 10 重量%以下で含有させるとよい。このように含有させると、抵抗値がさらに高くなるという点で望ましい。

【0014】かくして本発明のセラミックヒータによれ

ば、発熱抵抗体パターンにFeおよび/またはSiを合計して2000~12000ppm含有させたことで、そのパターン全体にわたって、それらを固溶状態となし、均質化させ、これによって所要とおりの高い抵抗値が得られる。しかも、発熱抵抗体パターンにNbN、Al₂O₃を添加させると、これらもFe/Siとともに均一分散され、抵抗値のバラツキも小さくなり、その結果、所要どおりにまでさらに高い抵抗値が達成できる。

【0015】つぎに本発明の製造方法を述べる。本発明の上記構成のセラミックヒータを製造するには、コート層をなすAlN質のグリーンシートの一主面に高融点金属ペーストをスクリーン印刷法などの印刷手法により塗布してパターンニングし、ついでこのグリーンシートを未焼成状態のAlNの生セラミックからなるセラミックロッドの外周面に巻き付け、その後窒素ガスまたは窒素-水素混合ガス雰囲気中1550~1800℃の加熱温度で焼成する。これによって発熱抵抗体パターンが埋設された円筒状のセラミック体として焼結一体化され、セラミックヒータが得られる。

【0016】AlN質グリーンシートおよび未焼成状態のAlN生セラミックスを作製するために使用するAlN原料については、平均粒径を0.8~2.5μmにするとよく、これによって低温常圧下でも焼結しやすく、また、高熱伝導なセラミックスが得られるという点でよい。しかも、このAlN原料粒の比表面積を2~5m²/gにすると、チキン性の低い良好なスラリーを作製することができるという点でよい。

【0017】さらにAlN原料に焼結助剤を添加して焼結性を高める。この焼結助剤には、Er₂O₃、Y₂O₃、Yb₂O₃、La₂O₃、Sm₂O₃、Ho₂O₃、Dy₂O₃などの希土類金属酸化物、MgO、CaOなどのアルカリ土類金属酸化物があり、これらを合計で0.5~20重量%の割合で添加するのがよい。

【0018】そして、本発明においては、上記AlN質グリーンシートにFeおよびSiを合計して1000~10000ppm、好適には3000~8000ppm含有させたことが特徴である。この範囲内にFe/Siを添加すると、これらが焼成中に高融点金属ペースト内に拡散固溶し、これによって焼成後にできた発熱抵抗体パターンにおいて、FeおよびSiが合計して2000*40

*~12000ppmの濃度で含有される。ただし、FeおよびSiの各金属成分については、AlN原料中に不純物として含まれる場合もあり、その場合にはこの不純物も含めて添加することで、1000~10000ppmにするといよい。

【0019】また、本発明においては、さらにWおよび/またはMoを主成分とする高融点金属ペーストに対し、NbN、Al₂O₃の少なくとも1種を20重量%以下、好適には10重量%以下で含有させたことを特徴とする。このようにNbN、Al₂O₃を添加すると、もっと高い抵抗値が得られるという点で望ましい。なお、この添加比率は発熱抵抗体パターン中での含有比率になる。

【0020】かくして本発明の製造方法によれば、AlN質グリーンシートにFeおよびSiを所定の量添加すると、焼成にともない、これら金属が発熱抵抗体パターンに拡散固溶された状態となり、その固溶量によって抵抗値を一次関数的に増加できた。また、高融点金属ペーストにNbNやAl₂O₃を所定量加えると、さらに高抵抗化が容易にできた。

【0021】なお、上記実施形態例においては、コート層をなすAlN質のグリーンシートの一主面に高融点金属ペーストを塗布したが、これに代えて未焼成状態のAlNの生セラミックからなるセラミックロッドに高融点金属ペーストを塗布してもよい。

【0022】

【実施例】AlN原料（平均粒径：1.3μm、酸素量：0.9%、陽イオン不純物：0.03%以下）に焼結助剤としてY₂O₃を5重量%、CaOを0.5重量%添加し、さらにFe、Siを適宜添加し、混合粉末を作製した。そして、この粉末に対し成形用バインダーとしてのアクリル系バインダーならびに有機溶媒を加え、そして、混練した後に、ドクターブレード法によりグリーンシートを成形した。このグリーンシート中のFe、Siの量をICP分析により定量し、セラミック成分全量に対する比率を求めたところ、表1に示すとおりである。

【0023】

【表1】

試料 番号	グリーンシート(ppm)		発熱抵抗体パターン中 のFeとSiの合計量 (重量%)	導体抵抗 (mΩ/□)
	Fe量	Si量		
1	520	1010	2030	12
2	1200	530	2550	15
3	2600	1400	4540	30
4	4000	2100	8200	70
※5	8200	2300	12550	150
※6	10500	2100	14100	測定不可

※印の試料は本発明の範囲外のものである。

【0024】 について、このグリーンシート上に高融点金属粉末Wを含むペーストをスクリーン印刷法で長方形形状（幅1mm、長さ30mm、厚み20μm）の発熱抵抗体パターンに塗布した後、窒素-水素混合ガス雰囲気中にて1650℃の温度で3時間焼成してAlNヒータを作製し、評価用の試料（試料番号1～6）とした。なお、発熱抵抗体パターン中のFe、Siの量はICP分析により求めた。

【0025】 表1の結果から明らかとなおり、本発明の試料番号1～4においては、導体抵抗値の制御が容易になり、所要どおりの高い導体抵抗が得られたが、試料番*

* 号5については導体抵抗が100mΩ/□を越えるので、発熱抵抗体への導通がむずかしくなり、ヒータとして機能しなくなる。

【0026】 さらに高融点金属ペースト（W）に表2に示すようにNbNやAl₂O₃を添加し、同様にグリーンシート上にスクリーン印刷法で長方形形状（幅1mm、長さ30mm、厚み20μm）に塗布し、焼成してAlNヒータを作製し、評価用の試料とした（試料番号7～18）。

【0027】

【表2】

試料 番号	グリーンシート (ppm)		発熱抵抗体パターン中 のFeとSiの合計量 (重量%)	NbN (重量%)	Al ₂ O ₃ (重量%)	導体抵抗 (mΩ/□)
	Fe量	Si量				
※ 7	10	5	<10	0	0	7
8	500	530	2100	5	0	30
9	2600	1400	4520	10	0	50
10	4000	2100	8200	15	0	100
※11	8200	2300	12540	20	0	200
12	500	530	2100	0	0	18
13	500	530	2100	0	5	20
14	2600	1400	4520	0	10	35
15	4000	2100	8200	0	15	90
※16	8200	2300	12550	0	20	190
17	1510	520	3100	5	5	40
18	2500	1500	5250	10	5	70

※印の試料は本発明の範囲外のものである。

【0028】これらの結果から明らかなとおり、本発明の試料番号8～10、12～15、17、18においては、導体抵抗値の制御が容易になり、所要どおりの高い導体抵抗が得られたが、試料番号7では導体抵抗が小さくなり、試料番号11、16では導体抵抗が100mΩ/□を越えるので、発熱抵抗体への導通がむずかしくなり、ヒータとして機能しなくなる。

【0029】

【発明の効果】以上のとおり、本発明のセラミックヒータによれば、AlN質焼結体からなる絶縁基体の表面もしくは内部に、Wおよび/またはMoを主成分とし、FeおよびSiを合計して2000～12000ppm含

有する発熱抵抗体パターンを設けたことで、発熱抵抗体の抵抗値の制御を容易にして、所要どおりの導体抵抗値にまで高めることができた。

【0030】さらに本発明によれば、上記発熱抵抗体パターンに、NbN、Al₂O₃の少なくとも1種を20重量%以下で含有させることで、さらに高抵抗化が容易にできた。

【0031】また、本発明のセラミックヒータの製造方法においては、FeおよびSiを合計して1000～10000ppm含有するAlN質グリーンシートに、Wおよび/またはMoを主成分とする高融点金属ペーストを、もしくはWおよび/またはMoを主成分とし、Nb

N、 Al_2O_3 の少なくとも1種を20重量%以下で含有する高融点金属ペーストを塗布することで、焼成にともない、これら金属が発熱抵抗体パターンに拡散固溶され、これによって発熱抵抗体パターンにFeおよびSi*

*が合計して2000～12000ppm含有され、その結果、所要とおりの本発明のセラミックヒータが安定的に得られた。

フロントページの続き

(72)発明者 吉原 安彦

鹿児島県国分市山下町1番4号 京セラ株 10
式会社総合研究所内 ※

※(72)発明者 岡山 浩

鹿児島県国分市山下町1番4号 京セラ株
式会社総合研究所内